

## BL15 における X 線回折実験

隅谷 和嗣、岡島 敏浩、上田 和浩<sup>1</sup>、平井 康晴、  
九州シンクロトロン光研究センター、<sup>1</sup>(株)日立製作所基礎研究所

X 線回折は結晶構造に関する知見を得る手段として最も優れた実験手法である。特に放射光という強力な X 線光源を用いることにより単結晶、粉末試料などの量的に十分な試料ばかりではなく、数ナノメートル程度の厚さの薄膜、さらには界面の原子の二次元配列といった回折に寄与する原子数の極めて少ない試料においても精密な構造解析が可能となる。このため BL15 において回折実験に対する需要は非常に高い。

BL15 では X 線回折実験のため、試料の方位制御に高い自由度を持つ多軸回折計を導入し、2007 年 5 月からのユーザータイムでの回折実験の一般利用に向けた整備作業を進めている。想定される実験手法を挙げると、面内回折、逆格子マッピング、極点図測定、格子歪測定などである。通常の X 線回折では格子面間隔、物質内部の微量な結晶構造の同定、結晶子の大きさ、配向性などが分かる。また放射光の特徴であるエネルギーの可変性を用いて、異常分散効果により特定の原子の構造を調べることもできる。回折計は試料に対する X 線の入射角を厳密に制御する機構も備えており、薄膜の回折実験において深さ方向の構造変化や格子歪などを調べることも可能である。

発表では BL15 で想定される回折実験の例とその実験配置を紹介する。また回折計など装置のスペックと BL15 で利用可能な X 線の性能を考慮し、BL15 で期待される測定試料や実験条件について検討を行う。

## BL15におけるX線回折実験

隅谷 和嗣、岡島 敏浩、上田 和浩<sup>1</sup>、平井 康晴

九州シンクロトロン光研究センター、<sup>1</sup>(株)日立製作所基礎研究所

### 構造科学・イメージング・分析ビームラインBL15

#### ビームラインの性能

光源: Bending Magnet  
分光器: Si(111)二結晶分光器  
集光鏡: 擬似トロイダルミラー  
エネルギー: 2.1~25keV  
光源からの距離: 21m@  
Experimental Hutch  
Photon Flux:  $1 \times 10^{10}$  Photons/sec  
以上@8keV

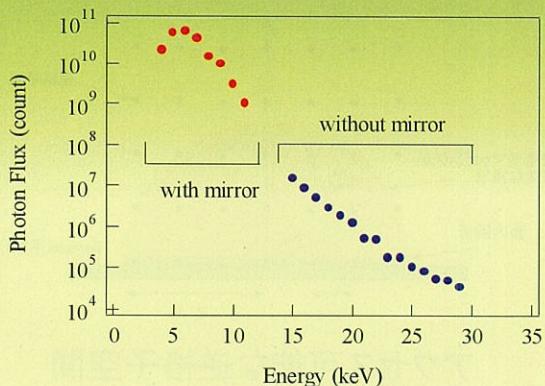
#### 利用可能な実験手法

- X線回折法
- X線吸収微細構造(XAFS)
- 蛍光X線分析
- イメージング
- 小角散乱
- 粉末X線回折

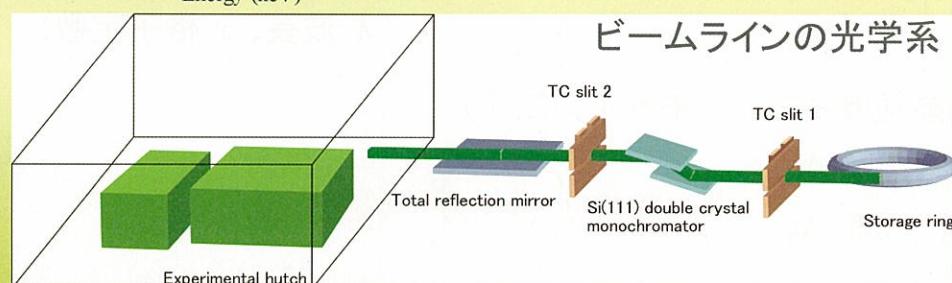


ビームラインの外観

## 構造科学・イメージング・分析ビームラインBL15



BL15におけるフォトン・フラックス



ビームラインの光学系

## BL15X線回折装置

### 多軸回折計

基本の回転軸:  $\omega$ 、 $2\theta$ 、 $\chi$ 、 $\phi$ 、 $\alpha$ (ステージ回転)の5軸。

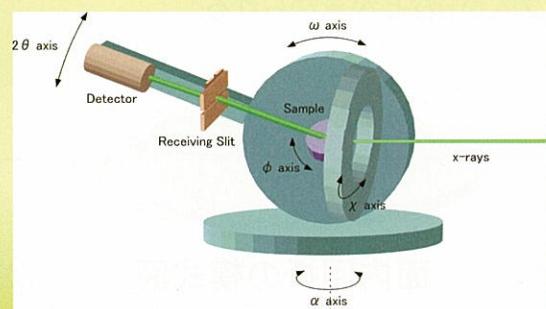
試料に3軸を割り当てることによりX線に対し自由に試料方位を調整することができる。このため任意の逆格子空間にアクセスしやすく、自由度の高い測定が可能である。

### 検出器

Nalシンチレーションカウンター (検出器)  
イオンチャンバー (入射強度モニター)

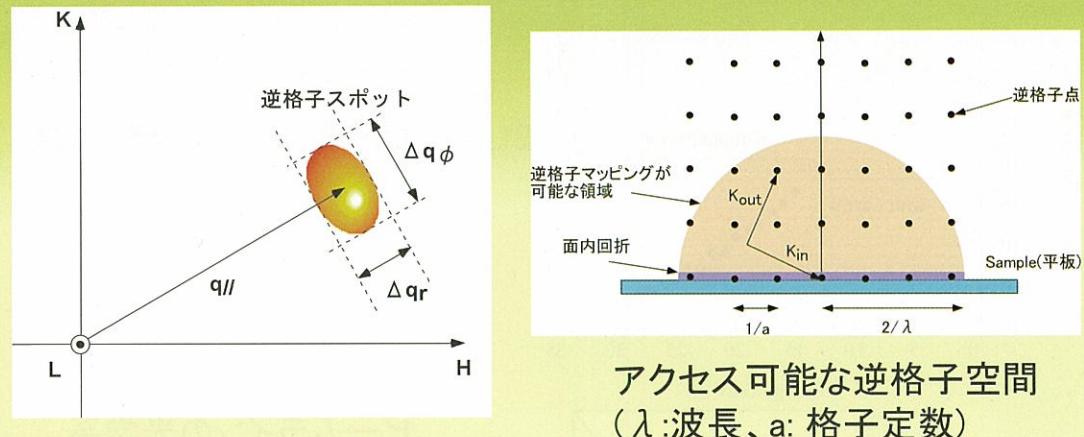


多軸回折計



回折計の動作

## 逆格子マッピング



結晶粒サイズ モザイク広がり

$$D_{\parallel} = 2\pi / \Delta q_r$$

$$D_{\perp} = 2\pi / \Delta q_l$$

$$\Psi = \arctan \left( \sqrt{(\Delta q_{\phi})^2 - (\Delta q_r)^2} / q_{\parallel} \right)$$

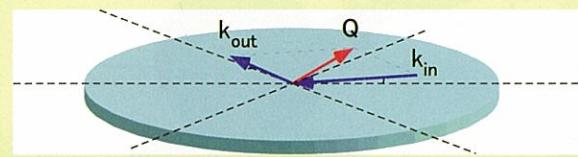
## 面内回折(Grazing x-ray diffraction)

### 面内回折

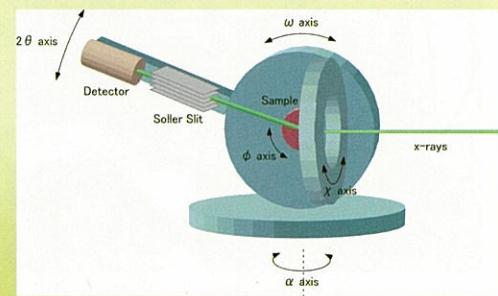
表面すれすれにX線を入射し、表面すれすれに回折されるX線を測定する。このとき回折に寄与する格子面は表面に垂直になる。回折X線の散乱角、角度幅の情報から面内方向における薄膜の格子定数、結晶粒サイズ、モザイク広がりなどが求められる。



面内回折実験

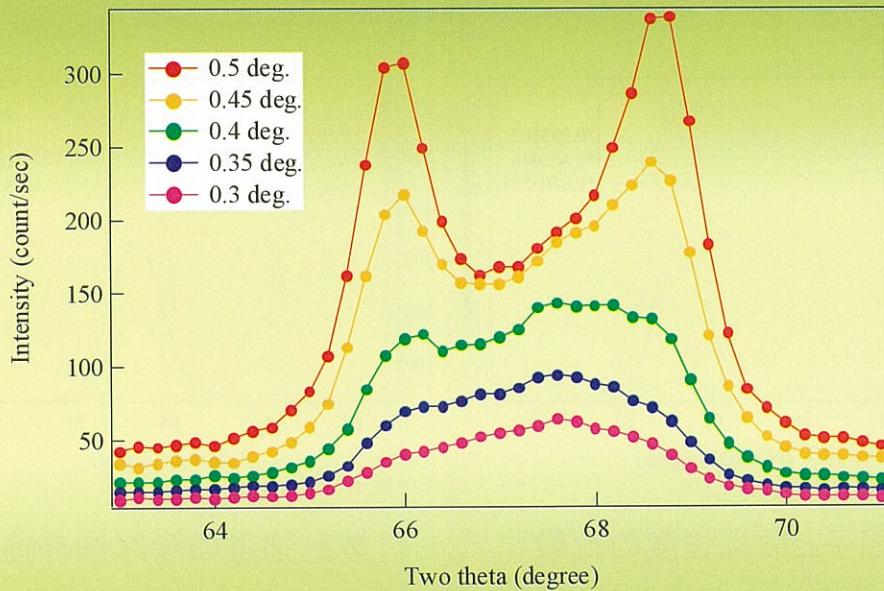


面内回折の模式図



回折計の実験配置

## BL15における面内回折測定例



BL15で測定されたMnPt薄膜(20nm)からの面内回折(8keV)

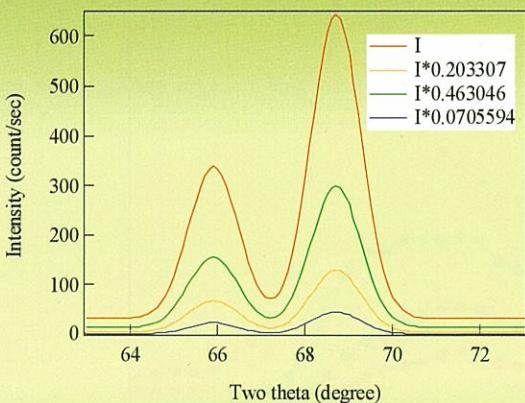
## シミュレーション: BL15で何が測れるか?

MnPtの面内回折実験結果から、BL15での測定の可能性を探る

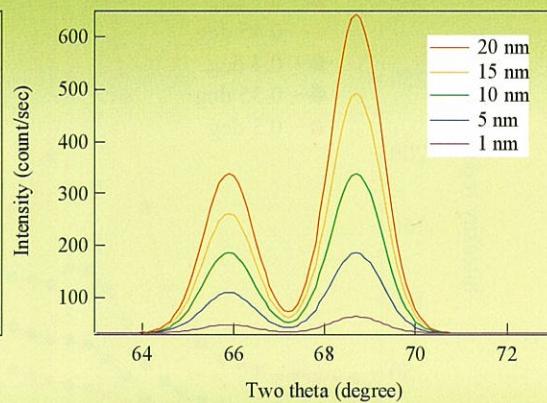
### 薄膜材料と最も強い回折の例

材料	反射指数	$2\theta$ (degree)	$ F ^2$	MnPtとの強度比
MnPt	1 1 1	40.24	2.449e4	1
FeNi3	1 1 1	44.15	4.979e3	0.20
ZnO	2 0 0	42.33	1.134e4	0.46
SrTiO <sub>3</sub>	1 1 0	32.1	1.728e3	0.071

## シミュレーション: BL15で何が測れるか?

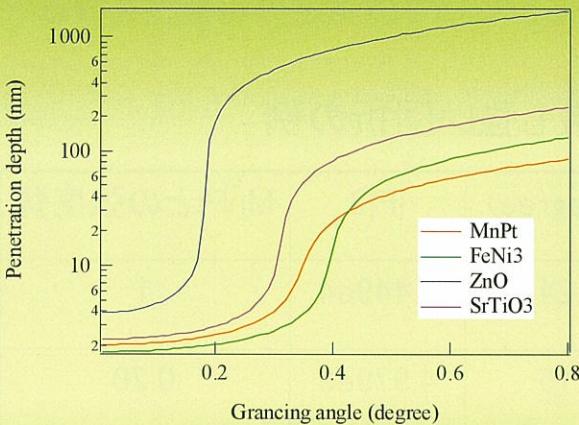


構造因子と散乱強度の比較



散乱強度の膜厚依存性

## シミュレーション: BL15で何が測れるか?



8keVのX線での進入深さの計算結果

➤近年研究が進められている磁性薄膜、透明半導体薄膜、強誘電体薄膜などの測定が可能である。  
➤X線の入射角を変化させることで進入深さを変え、薄膜構造の深さ依存性を測定することが可能である。

## まとめ

- 回折計を用いて逆格子空間測定、面内回折実験などが可能である。
- MnPtの実験結果からの推測により、FeNi3、ZnO、SrTiO<sub>3</sub>など近年のデバイス応用が期待される薄膜での面内回折実験が有効であると期待される。
- 1nm～の厚さの薄膜の回折測定が見込まれる。
- このほか極点図測定、残留応力測定なども可能である。
- 回折実験は2007年5月からのユーザー利用における供用開始に向けて現在整備中である。